

HT-Anlage.

Es konnte festgestellt werden, dass praktisch kein Unterschied zwischen den Versuchen besteht, bei denen mit trockenem H_2N_2 aus der Leitung und mit H_2N_2 im Kreislauf bei Glycoltrocknung gefahren wurde. Die Trocknung des Wasserstoffs mit Glycol und die Regenerierung des feuchten Glycols durch Vakuumverdampfung des Wassers verlief zufriedenstellend. Das mit Wasserdampf bei Raumtemperatur gesättigte Gas hatte nach Verlassen der Glycolanlage noch ca. $0,1 \text{ g Wasser/m}^3$.

Prüfung und Herstellung des Aromatisierungskontaktes.

Versuche zur Erhaltung der Spitzenaktivität durch Anfahren bei tiefen Temperaturen zeigten, dass eine Verlängerung der anfänglichen Spitzenaktivität auf diesem Wege nicht möglich ist. Nach der gleichen Stundenzahl war auch die Aktivität dieselbe, einerlei, ob bei hohen oder tiefen Temperaturen angefahren worden war. Ferner wurde geprüft, bei welchen Temperaturen unter Verwendung normaler guter Kontakte die Aromatisierung von Heptan-Heptengemisch einsetzt. Bei 360° und 20 % Kontaktbelastung beträgt der Aromatengehalt ca. 5 %, eine gerade noch feststellbare Aromatisierung dürfte demnach bei ca. $345 - 350^\circ$ liegen.

Die in vorigen Monatsbericht berichteten systematischen Fällungsversuche wurden abgeschlossen. Zurzeit sind eine Reihe unter verschiedenen streng eingehaltenen Bedingungen gefällte Aluminiumhydroxyde in solchen Mengen fertiggestellt, dass Kontakte aus ihnen hergestellt werden können. Die ersten Prüfungen ergeben interessante Beobachtungen hinsichtlich Abhängigkeit der Dauerstandfestigkeit der Kontakte von den Fällungsbedingungen des Aluminiumhydroxyds, die für die Grossanlage von Bedeutung werden können. Ferner wird versucht, die Kohlensäure bei der Fällung durch andere Säuren zu ersetzen. Bei der Fällung mit Schwefelsäure wurden Aluminiumhydroxyde erzielt, die sich recht günstig verhalten.

Zöly-Benzin.

Zwei neue Poly-Öfen mit druckgesteuerter Temperaturregulation sind zwecks Vergleich der Haltbarkeit Ipatioff-Kontakt, Ambrchenie-Kontakt angefahren worden. Zurzeit laufen die Öfen ca. 400 - 450 Stunden ohne Störung. Ferner sind genügende Mengen C_3 , C_4 und aus der katalytischen Spaltung stammendes C_5 -Polymerisiert hergestellt worden, um damit die motorischen Prüfungen zu beginnen. Bei diesen erwies sich bisher das C_5 -Polymerisiert als das beste Material.

Flaxnöl.

In Auftrage des R.L.M. wurde die Frage der Herstellung eines Spindelöles mit einem Stockpunkt von -65° untersucht. Die Herstellung gelang aus Crackbenzinen, die durch exaktes Schneiden bis 160° völlig paraffinfrei gemacht worden waren, und zwar konnte ein 1,7er Öl mit einer Ausbute von 3 - 6 %, ein 2,5er Öl mit einer solchen von 3 - 8 % erhalten werden. Eine wesentliche Verringerung der Gesamtviskosität konnte, wie schon früher berichtet, erzielt werden, indem das frische Crackbenzin zuerst auf hoher Temperatur auf Kontaktöl zur Einwirkung gebracht wird, dem erst im weiteren Verlauf der Synthese Aluminiumchlorid zugefügt wird.

Arbeiten über den Eisenkontakt.

Die Versuche mit dem Luxasso-Kontakt des Forschungslabors wurden fortgesetzt.

Durch eine Steigerung des Kreislaufes (von 1 : 1,5 auf 1 : 3) wird das CO/H_2 -Verhältniss in Richtung eines höheren Wasserstoffverbrauches und einer kleineren Kohlenäurebildung, d.h. in günstigen Sinne verschoben. Gleichzeitig nimmt der Gehalt der Produkte an Ungesättigten zu.

Wird das Wassergas bei Aufrechterhaltung des Kreislaufes von "unten nach oben" durch den Ofen geschickt, (so wie dies seinerzeit mit Ofen B geschah) so hat das folgende Wirkung:

Es vermehrt sich der Benzolanteil, der Paraffinanteil geht stark zurück, der Anteil an Mittelöl bleibt ungefähr

ter gleiche. Es sind im wesentlichen also die damaligen Erfahrungen von Ofen B bestätigt worden. Zu bemerken ist noch, dass bei der Fahrweise von "unten nach oben" die Ausboute an flüssigen Produkten zurückging und dass mehr Gasol gebildet wurde. Dieses besteht etwa zur Hälfte aus Propylen.

In Forschungslaboratorium gehen die Arbeiten zur Gewinnung von Alkoholen und Fettsäuren nach der neuen Synthese weiter. Es wird darüber zusammenhängend im nächsten Monat berichtet.

Der Gesamtbeschäftigtenstand war im Durchschnitt des Monats Mai 1940 1.906 Arbeiter, davon für die Verladung tätig 64 Arbeiter.

gez. M a r t i n .

Die Normaldruck-Anlage war in Betrieb mit durchschnittlich 46 Öfen und einer Belastung von 30.400 Nm³/h Synthesegas.

Die Mitteldruck-Anlage war in Betrieb mit durchschnittlich 55 Öfen und einer Belastung von 34.500 Nm³/h Synthesegas.

Die durchschnittliche Ausboute beider Anlagen zusammen einschliesslich Gasol betrug 134,3 g/m³ Idealgas.

In der Paraffinfabrik wurden 152 t Tafelparaffin und 106 t Hartwachs erzeugt.

Da die Synthese-Anlage der Schmierölfabrik als Folge des Brandes am 12.5.1940 während der Aufbauzeit nicht in Betrieb genommen werden kann, wurde auch die Dubbs-Spaltanlage abgesetzt. In den umverkehrten Destillations-Anlagen wurden Rohölbestände aufgearbeitet, sodass in Mai bei einer Erzeugung von 176 t ein Versand von 360 t möglich war.

Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Feinreinigung.

In kleinen Maßstabe konnte gezeigt werden, dass die Feinreinigung von Wassergas unter Druck bis 10 Atmosphären mit unserer Feinreinigungsmasse genau so gut, wenn nicht besser durchzuführen ist als unter Normaldruck. Das Auftreten von unerwünschten Nebenreaktionen wurde erst im Temperaturbereich von 300° und darüber beobachtet, also bei einer Temperatur, deren Anwendung bei der Reinigung unter Druck nicht notwendig ist.

Synthesetrieb.

In Kleinversuchen wurde der Einfluss der Reaktions-temperatur auf die Kontaktaktivität untersucht. Hierzu wurden verschiedene Kontaktproben in H₂-Atmosphäre bei normaler Temperatur und bei 210° über 1.000, 2.000 und 3.000 Stunden gelagert. Nach diesen Zeitabschnitten wurde im normalen Versuch die Aktivität geprüft. Ein deutlicher Abfall der Aktivität ist bei den ^{über}200° über längere Zeit gelagerten Kontakten festzustellen.

Da im Synthesebetrieb die Ofenbelastung durch Differenzdruckmessung mittels Quecksilber durchgeführt wird, wurde der Einfluss von Quecksilberdämpfen auf die Kontaktaktivität untersucht. Die im Betrieb infragekommenden geringen Quecksilbermengen, die beim Durchschlagen der Manometer auf den Kontakt gelangen können, dürften ohne Einfluss auf die Kontaktaktivität sein. Selbst grössere Mengen Quecksilber (bis 1 g auf 4 g Kobalt) ergaben nur eine vorübergehende Schädigung der Aktivität, da bei der Synthesetemperatur das eingebrachte Quecksilber aus dem Kontakt wieder herausdestilliert. Bei kleinen Quecksilbermengen erreicht der Katalysator seine ursprüngliche Wirksamkeit wieder, ja es hat sogar den Anschein, als ob eine erhöhte Ölproduktion danach erreicht wird.

Der Gesamtbeschäftigungsstand war im Durchschnitt des Monats Mai 1940 848 Arbeiter.

gez. M u r t i n .

Über die wir oben berichteten. Durch diese Stromausfälle wurde die Produktion in Mitleidenschaft gezogen. Durch Unachtsamkeit eines Pumpenwärters trat an Kokogas-Maschine VI eine Störung ein, in deren Verlauf der Wasserturm überging und die nachgeschalteten Dampf-Türme auffüllte. Die Lauge geriet bis in den Kokogas-Trommel VI, der abgestellt werden musste. Ein Kokogas-Kompressor musste infolge defekter Stopfbüchsen stillgesetzt werden. Es macht sich das Fehlen der abgezogenen alten Leute sehr bemerkbar. Ein Ansteigen der Gestehungskosten bzw. Absinken der Produktion war nicht zu vermeiden.

Die Produktion an Montanalepeter blieb im April hinter dem Produktionsprogramm zurück. Dagegen wurde die Produktion an Kalkanmontanalepeter gesteigert. Weiter musste aufgrund des vorliegenden Absatzprogramms die Ammonitrat-Produktion erheblich gesteigert werden. Durch ausreichende Wegongestellung konnten die Vorkaufaufträge für Düngemittel zum größten Teil erledigt werden.

Die Erzeugung der Katorfabrik betrug 103 Ofenfüllungen. Es gingen 105 Ofenfüllungen an die Benzolwerke zum Versand. Auch im Monat April war die ungenügende Anlieferung von Kieselgur Ursache der noch geringen Produktion. Wir hatten zu Beginn des Monats 4 Tage Stillstand. Aus ausgebrauchter und zurückgelieferter Kontaktmasse wurden gelöst

101,6 t Co,
5 t ThO₂,
7,7 t H₂O.

Die Werkstatte zur Herstellung von Feinreinigermasse erzielte im Berichtmonat 625,6 t. Es wurden 625,8 t an die Benzolwerke versandt.

Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Erprobung.

Es wurden Versuche in der Aromatisierung durchgeführt, die zeigten, dass der Kontakt mit trockenem Wasserstoff nach dem Austräumen des Kohlenstoffs zu behandeln ist.

Ergebnisse der DIBBA-Benzin-Fractionen.

Die Arbeit ist im wesentlichen abgeschlossen. Sie zeigt eindeutig, besonders bei den hydrierten Proben, den grossen Unterschied in den Oktanzahlen bei den mit BPO_2 gegenüber den mit Granosil nachbehandelten Benzinfraktionen, und zwar macht er sich bei den höheren Fraktionen stärker bemerkbar. Der Unterschied einer Mischung aller Fraktionen von 20 - 165° (gleiche Teile angenommen) würde zwischen dem nicht behandelten hydrierten Produkt + Pb und dem mit BPO_2 behandelten + Pb 21,6 M.O.Z. betragen, während er zwischen denselben Proben von Granosil und BPO_2 13,7 M.O.Z. betragen würde. - Es sollen noch einige Fraktionen mit ganz frischem Kontakt behandelt werden, damit man den Unterschied in der M.O.Z. sieht, der durch die längere Beanspruchung der Kontakte am Schluss der Reihe hervorgerufen wurde.

Reinheitsuntersuchung.

Die Herstellung von 200 kg Flugöl mit 1,6 Polhöhe wurde begonnen. Es wurden Untersuchungen über die Verhinderung der Schmutzbildung bei Getriebeölen im Neorenauftrag durchgeführt.

Versuch im Druckzellenofen.

Der laufende Versuch wird nach 2 1/3 Monat planmässig abgestellt und hat, summarisch ausgedrückt, ergeben, dass ein dortartiger Ofen, abgesehen von gewissen Anfahrtschwierigkeiten, dem Druckzellenofen hinsichtlich der Verflüssigung nicht nachsteht.

Milchdruck-Strahl etc.a) Füllungskontakte.

Mit unseren neuesten Füllungskontakten wurden bisher optimale Wirkungen an Umsatz, Ausbeute und Paraffinanteil erzielt (über 100 % bei einseitigen Durchgang über 60 % Paraffin). Der hohe Grad der inzwischen erreichten Leistungsfähigkeit dieser Art von Kontakten ist daran zu erkennen, dass die Arbeitstemperatur bis auf 225 bis 230° gemankt werden konnte, wobei das Gas voll umgesetzt wird.

2) Aufschlammtechnik.

Unterteile aus aufgeschlammter Luxmasse erreichen einstweilen nicht die hohe Wirkgenauigkeit der Fällungskontakte, sind aber billiger in der Herstellung.

3) Pro-Synthese.

a) aus Isobutan wurde in glatter Reaktion Isobutylalkohol erhalten. Die weitere Reaktion zum Isobutan konnte noch nicht quantitativ verwirklicht werden.

b) Für die Herstellung von Aldolen und Fettsäuren wurden präparativ grosse Mengen von Aldehyden $C_4 - C_{17}$ hergestellt, u.a. 100 Liter $C_{13} - C_{17}$ Aldehyd.

c) Herstellung von Alkoholen.

Der neue Sielofen hat sich als ausserordentlich geeignet erwiesen. Die Alkohol-Synthese ist jetzt so einfach, dass sie bereits jetzt von ungelernten Arbeitern nach kurzer Zeit sicher bedient werden kann. Insgesamt wurden rund 350 Liter Rohalkohole im Monat April hergestellt. Ein Teil dieser Alkohole wurde durch Destillation rein gewonnen.

4) Analytische Arbeiten.

a) Mischrohr-Glühversuche bestätigten, dass der Aluminiumgehalt nach Glühen bei 900° und der Eisen- und Schwefelgehalt nach Glühen bei 1.000° tiefere Werte erreicht.

b) Es wurde bestätigt, dass bei der Fällung von Aluminium- und Kalziumsalzen Eisenkatalysatoren bei einem pH-Wert von 9,2 Aluminium teilweise im Filtrat und Waschwasser, Kalzium jedoch vollständig in Niederschlag bleibt. Bei einem pH-Wert von 7 dagegen befindet sich das Kalzium im Filtrat, während Aluminium darin nicht nachweisbar ist.

Der Gesamtbeschäftigtenstand war im Durchschnitt im Monat April 1940 1.855 Arbeiter, davon für die Verladung 1114 1/2 Arbeiter.

gez. M a r t i n .

vir vom Kohlenleger einen Abgang von 356 t zu verzeichnen hatten.

Im Kompressorhaus wurde der Lufttrenner VI gänzlich überholt. Der Gemischkompressor V wurde abgestellt, da der Ventilkopf der IV. Stufe gerissen war.

Die zur Verfügung stehende Stickstoffmenge wurde im Kolbentrieb restlos aufgearbeitet. Die Gestaltung von Looerwagen durch die Reichsbahn war ausreichend, sodass der Vorladetrieb wesentlich gesteigert und voll ausgenutzt werden konnte.

Die Athencrackanlage war an 25 Arbeitstagen in Betrieb.

Die Feuarbeiten an der neuen Gasreinigung wurden planmäßig fortgesetzt. Bei der neuen Ferngasleitung von Zeche Jacobi wurden laufend Druckabnahmen durchgeführt.

Die Katalysatorfabrik erzeugte im Monat März 104 Ofenfüllungen. An die Lizenznehmer wurden 103 Ofenfüllungen verschickt. Die Anlage konnte auch in diesem Monat nicht ganz ausgefahren werden, da die Anlieferung der nötigen Kiesolgur trotz aller unserer Bemühungen nicht gelang. Infolgedessen konnte den Benzinfabriken nicht die gesamte verlangte Menge Kontakt angeliefert werden. Inzwischen sind hier Besserungen eingetreten. Im Berichtsmonat wurden aus zurückgelieferter ausgebrauchter Masse gelöst

111 t Kobalt

5,1 t Thoriumoxyd

8,7 t Magnesiumoxyd.

Die Herstellung von Feinreinigungsmasse betrug 605 t. Es gelangten 604 t zum Versand.

Der Gesamtgesellschaftsstand war im Durchschnitt des Monats März 1940 1 909 Arbeiter, darunter 240 weibliche Gesellschaftsmitglieder. In der Verladung waren tätig 81 Arbeiter.

Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Katalysatorherstellung für Aromatisierung.

Ein reiner Chromoxydzersetzungskontakt, der also aluminiumoxydfrei ist und aus patentrechtlichen Gründen u.U. von Befestigung sein könnte, hat bei einem Dauerversuch in den ersten 400 Teststunden einen Abfall der Aktivität gezeigt, der aber nicht größer ist als bei Aluminium-Chromoxyd-Kontakten. In den folgenden 400 Stunden ist die Aktivität völlig konstant geblieben.

Für die H.F.-Anlage wurden größere Mengen Kontakt hergestellt. Für die Kontakttheratollung ist ein 10 l Knetwerk, das aus Eisen konstruiert war, in ein V_2O_5 -Knetwerk durch Einbau eines Teflon-Prozess und Überschweifen der Wollen umgebaut worden. Es hat sich sehr gut bewährt.

Industrielle Spaltung

In der halblechnischen Anlage wurden einige Vereinfachungen vorgenommen, die es gestatten, die Anlage mit einem Mann pro Schicht zu betreiben und trotzdem alle Produkte aufzuarbeiten. Im wesentlichen konnten die schon früher angegebenen Resultate bestätigt werden. Gleichfalls wurde eine vereinfachte Analysenmethode entwickelt, die die zeitraubende Auswertung der katalytischen Spaltversuche mit kleinstmöglichem Arbeitsaufwand gestattet. In 20 Zyklen wurden bei ca. 40 % Umsatz bei einfachem Durchgang, d. h. 20-fachen Zyklen, folgende Resultate erhalten:

Benzin über Pentan siedend	17 %
C_6 -Fraktion	26,3 %
C_7 -Fraktion	27,8 %
C_8 -Fraktion	18,7 %
C_9 -Fraktion	2,0 %
CH_4	0,6 %
H_2	0,3 %
C_2	7,3 %

Die C₂-Spaltung ist also praktisch genau so hoch wie beim Toluolverfahren. Sie reicht gerade aus, um die Spaltwärme zu decken. Die Resultate beziehen sich auf die Spaltung von Dieselöl zwischen 100 bis 300° siedend.

Lebensmittel

Die geschneitene Fraktionen des Dubbs-Spaltbensins werden parallel mit Branzenil und Borylphosphat nachbehandelt und im unhydrierten und hydrierten Zustande jeweilig mit und ohne Platinmetall auf Oktanstellen untersucht. Bei mit Borylphosphat nachbehandelten hydrierten Benzinen würde sich nach Zugabe von Blei eine Motoroktanzahl von 84 ergeben, die wesentlich höher liegt als die mit Branzenil erreichbare. Im olofinischen Zustande sind die Unterschiede, wie zu erwarten, nicht sehr gross.

Überstimmung

Aus über 100° siedendem Crackbensin gelingt es, durch Behandlung mit Kontaktöl 5 Std. lang bei 100° und Zugabe von Aluminiumchlorid erst nach dieser Behandlung zu verhältnismässig sehr dünnen Ölen (5°K) zu kommen. Durch Zusatz von Inhibitoren gelingt es, Crackbensine für die Ölsynthese lagerfest zu machen.

nn4294

- 5 -

Während nicht inhibierte Benzine stark reduzierte Ausbeuten geben, halten sich die Ausbeuten bei Inhibierung und die hergestellten Ole sind in 140° Sauerstofftest stabil.

gez. Martin.

trietsteil verursacht, dass das Produktionsprogramm nicht voll eingeschaltet werden konnte. Die Regenerierung löste aus ausgetrauschter Kontaktmasse

03 t Co,
3,8 t ThO₂,
6,5 t MgO.

In der Werkstatte zur Herstellung von Feinreinigungsmasse wurden im Berichtsmonat erzeugt 561 t. Zum Versand gelangten 575 t.

Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

LA-Anlage.

Für die konstruktive Durcharbeitung der Grossanlage wurden Luftwiderstandsmessungen an verschiedenen weiten, verschiedenen hoch mit Kontakt gefüllten Röhren vorgenommen, bei denen auch durch Wechsel der Gase der Einfluss der Gasdichte erfasst wurde. Weiterhin wurde festgestellt, dass die Ausblasung des Benzins aus dem Reaktor nach Schluss der Reaktion statt mit Stickstoff in gleich guter Weise mit Wasserstoff erfolgen kann. Das ergibt für die Grossanlage eine einfachere Schaltung in der Kondensation.

Kontaktherstellung für Arcmatierung.

Es wurde festgestellt, dass aus dem Aluminiumoxydhydrat des Schmelztrichters sowie aus einem Rohtonerde genannten Produkt durch Aufschluss mit Lauge und Füllen mit CO₂ einwandfreie Kontakte herstellbar sind. Die Rohtonerde ist uns von der Verkaufsvereinigung der Aluminiumwerke geliefert worden. Es ist ein Zwischenprodukt von einem neuen von Ton ausgehenden Verfahren zur Herstellung von Aluminiumoxyd und wird etwa ab Ende März in beträchtlichen Quantitäten verhältnismässig preiswert zur Verfügung stehen. Aus Aluminiumnitrat gewonnene Kontakte erwiesen sich als inaktiv. Kontakte, die bei 700, 800 und 900° 2 Stunden getempert wurden, ergaben bei 900° einen Abfall der Aktivität auf fast die Hälfte. Die Kohlenstoffbildung war gesteigert.

Katalytische Spaltung.

Die in der halblehntechnischen Anlage durchgeführten Spaltversuche zeigten einen höheren Kohlenstoffverlust, der auf die

Innenwandmaserung des verwendeten Spaltrohres zurückgeführt wurde. In dem neuen, nicht ausgebauten Ofen sind die Kohlenstoffverluste, wie erwartet, in Portfall gekommen. Gleichzeitig hat sich eine gewisse Steigerung besonders der erwünschten C_4 -Fraktion ergeben. Bereits vorhin in der Spaltanlage grössere Mengen C_3 -, C_4 - und C_5 -Fraktionen und Benzol hergestellt, um eine Reihe von Fliegerbenzin-Typen bzw. Grundbenzinen für Fliegerbenzin in die Hand zu bekommen.

Nachprüfung der selektiven Polymerisation nach Matta.

Es sollten die von Matta veröffentlichten Versuche über selektive Polymerisation von iso-Butylen an Al_2O_3 -Kontakten unter Zugabe von gasförmiger Salzsäure nachgeprüft werden. Trotz Anwendung der verschiedenartigsten Aluminiumoxyde konnten bisher bei den von Matta beschriebenen Bedingungen keinerlei Polymerisationen beobachtet werden.

Destillationskolonne.

Für die Untersuchung der Fraktionen, die für die LT-Anlage erforderlich sind, wurde eine besondere Destillationskolonne entwickelt, die neuerdings mit automatisch nach dem Kopfprodukt sich regulierender Manteltemperatur der Kolonne arbeitet und 60 cm³ reines Destillat gibt. Die Kolonne hat eine Wirksamkeit von etwa 10 theoret. Böden/Stunde.

Flüssigphasensynthese.

Die Flüssigphasensynthese wird weitergeführt. Es zeigt sich aber trotz Zugabe von 3 % Kontakt pro Tag allmählich Abfall der Kontaktaktivität. Besonders auffallend war dieser Abfall bei steigenden Drucken. Wir vermuten, dass es sich hier um Schädigungen des Kontaktes durch Eisenoxifen handelt, die in der Flüssigphase viel eher an den Kontakt herangelangen können als bei der Dampfphasensynthese. Nähere Untersuchungen hierüber sind in Gange.

Katalyse.

a) Für die Eisenkalzium-Katalysatoren wurden systematisch die einzelnen Bedingungen der Zusammensetzung der Fällungsart usw. untersucht. Bisher wurde erkannt, dass der Kieselgargehalt

einen wesentlichen Einfluss auf den Umsatz, die Umsatzrichtung und auf die Qualität der Produkte haben kann. Es erscheint aber nicht erforderlich, einen hohen Gehalt an Kieselgur anzuwenden.

- b) Für den Einsatz in die DVA wurden 150 Liter Eisen-Kalzium-Kupfer-Katalysator halbertechnisch hergestellt (aus Drehspänen, unter Verwendung von Rohwasser sowohl für die Auflösung als auch für die Zerschlagung).
- c) Es wurde gefunden, dass man das Eisen vorteilhaft in Form von Leunmasse in die Katalysatorwanne einbringen kann.
- d) Für den Einsatz in die DVA wurden 320 Liter eines Katalysators 100 Fe (als Leunmasse), 5 Cu, 10 Kgr hergestellt. In Form von Patentkorn war die Festigkeit befriedigend.
- e) Bei Verwendung bei der Oxo-Synthese wurde ein alkalifreier Eisenkatalysator auf Kieselgur mit Manganick gefüllt.

Mitteldrucksynthese.

Die Reaktionstemperatur bei Eisenkontakten liegt im Mittel bei 245 bis 250°, bei einzelnen Katalysatoren neuerdings auch bei 230°, allen bei vollem Umsatz. Temperaturen über 255° bewirkten in allen Fällen ein schnelles Nachlassen der Wirksamkeit.

Die Ausbeute steigt mit zunehmendem Druck bis zu etwa 20 atü und sinkt dann wieder ab. Zwischen 5 und 20 atü hatte der Druck keinen nennenswerten Einfluss auf die Siedelage der Produkte.

Mit kohlenoxydreichen Gas wurden erstmalig Primärprodukte mit über 80 % Olefinen (maximal 87 %) hergestellt.

Mittels Eisen-Kalzium-Katalysatoren und kohlenoxydreichen Gas wurden im geraden Durchgang 67 % Paraffin und im Kreislauf bis zu 40 % Dieselöl erhalten (Ausbeute 135 g/nm³ Putzgas).

Oxo-Synthese.

Um die Wiederverwendbarkeit des Katalysators zu prüfen, wurde ein und derselbe Katalysator bis jetzt sieben mal hintereinander zur Herstellung von Alkoholen verwendet, ohne dass eine merkliche Abnahme der Wirksamkeit eintrat.

In der Berichtszeit wurden zwei halbertechnische Geräte für die Durchführung der Oxo-Synthese fertiggestellt, nämlich ein 70 Liter Kühr-Autoklav und ein 6 m Steigrohrföfen mit 10 Liter Fassungsvermögen.

Einen erheblichen Fortschritt brachte die Inbetriebnahme des Steigrohrföfens. Dieser erwies sich als. Ausserst handlich und besonders geeignet, die erforderlichen Reaktionsbedingungen in kürzester Frist zu verwirklichen (sehr schnelles Auf- und Abheizen, beste Wärmeföhr). Dadurch gelang es, die Reaktionsdauer erstmalig ganz erheblich herabzudrücken. Während wir bisher für einen Einsatz mehrere Stunden benötigten, konnten wir im Steigrohrföfen die Oxo-Synthese in 10 bis 20 Minuten bis zum vollständigen Umsatz durchföhren! Die vollständige Herstellung der Alkohole, ausgehend von Olefin, gelingt in diesem Gerät in ein bis zwei Stunden.

Es stellte sich bald heraus, dass die starke Abkürzung der Reaktionsdauer nicht nur den Durchsatz durch das Gerät, sondern auch die Ausbeute erhöht. Durch die Verkürzung der Reaktionszeit konnten nämlich die Nebenprodukte erheblich zurückgedrängt werden.

Weiterverarbeitung der Rohprodukte der Oxo-Synthese.

a) Rein-Alkohole durch fraktionierte Destillation.

Nach der von uns ausgearbeiteten Methode (Vorarbeitung grösserechnittener Olefinfraktionen mit nachfolgender Feinfraktionierung) wurden zahlreiche Proben von Alkoholen der verschiedenen Molekül-Grössen hergestellt.

b) Herstellung von Fettsäuren.

Es wurde gefunden, dass wir auf dem Wege über die Kalkseifen auf verhältnismässig einfache Weise sehr reine Fettsäuren durch direkte Oxydation der Aldehyde erhalten können. Auf diese Weise gewonnene Fettsäuren, z.B. C₁₅-Säure, zeigten die theoretischen Neutralisationszahlen sowie Schmelzpunkte, welche nur unmerklich unter dem Literaturwert der Normal-Säure liegen (z.B. - 4°).

Analytische Abteilung.

Systematische Untersuchungen über Röstguren. Als Richtlinie für die Qualitätsanforderung wurde die Regel ausgearbeitet, dass nur solche Röstguren katalytisch verwendbar sind, welche nach dem Glühen von 1000° unseren Anforderungen für Glühguren entsprechen.

Der Gesamtgesellschaftsstand war im Durchschnitt des Monats Februar 1940 1.828 Arbeiter, davon für die Verladung tätig 126 Arbeiter.

Gez. M a r t i n .

Die Normaldruckanlage war in Betrieb mit durchschnittlich 42,6 Öfen und einer Belastung von 26.800 Nm³/h Synthesegas. Die Ausbeute betrug 113,8 g/Nm³ Idealgas.

Die Mitteldruckanlage war in Betrieb mit durchschnittlich 51,0 Öfen und einer Belastung von 32.100 Nm³/h Synthesegas. Die Ausbeute betrug 112,1 g/Nm³ Idealgas.

Die durch Korrosionen verursachten Undichtigkeiten in der Kondensationsanlage der Mitteldruck-Synthese und die damit verbundenen Verluste machten eine Überholung dringend erforderlich, weshalb die Anlage am 5.2. stillgesetzt wurde. Infolge des Freites verzögerte sich die Heroinnahme der Anlage mit 2 Kondensatoren bis zum 19.2. Die beiden anderen Kondensatoren mussten zwecks Neuberohrung demontiert werden. Während der genannten Zeit musste die Mitteldruck-Synthese einstufig betrieben und die Entspannung der Produkte über einen Kühler der Normaldruckanlage vorgenommen werden.

Als Folge der genannten Vorgänge haben sich grössere betriebliche Unregelmässigkeiten ergeben, die zu entsprechend verminderter Produktion und unbefriedigenden Ausbeuten in den Syntheseanlagen geführt haben.

In der Paraffinfabrik wurden 112 t Tafelparaffin und 271 t Hartrachs erzeugt.

Die Putba-Anlage war 12 Tage in Betrieb. In der Schmelzanlage betrug die Erzeugung an Fertigöl 287 t.

Die Polymeranlage wurde am 20.2. mit 1 Reaktor in Betrieb genommen.

Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Reichleuntersuchungen.

Nach den Anfahren der Poly-Anlage wurden die laufenden Untersuchungen eingerichtet. Das Endgasöl enthielt, nachden 2 Reaktionstürme in Betrieb waren, etwa 4 - 8 % Olefine bei etwa 30 - 35 % Olefinen im Eingangsgasöl. Einzeluntersuchungen wurden ebenfalls in die Wege geleitet, sind aber zurzeit noch nicht beendet. Das Poly-Boncin hatte die erwarteten Eigenschaften bzgl. spez. Gewicht und Siedeverhalten und

ergab einen Bleiwert gegenüber unserem Grundbenzin bei 10 % Beimischung in der Größenordnung von 115 - 120.

Raffination von Schwebbenzin mit Dimethylsulfat.

Zur Raffination wurde das Schwebbenzin mit Dimethylsulfat und A.K.-Benzin vermischt. Nach Abtrennung des dunkel gefärbten Dimethylsulfates wurde das Benzingemisch destilliert. Das Destillat zeigte zwar eine gewisse Aufhellung, auch war der Geruch etwas verbessert worden, doch war der Abblasetest noch immer fast genau so hoch wie im unbehandelten Produkt.

Versuche mit Hiag-Inhibitoren.

Die von der Hiag übersandten neun Inhibitoren wurden mit Dubbe-Spaltbenzin in verschiedenen Mengenverhältnissen bei 70 und 100° in der Bombe geprüft. Mit einem Zusatz von 0,01 % waren 3 Proben bei 70° in Ordnung, mit einem Zusatz von 0,03 % waren sämtliche Proben bei 70° und ein Teil auch bei 100° stabil. Eine Zusammenstellung der Versuche ist in Vorbereitung.

Kontinuierliche Schmierölsynthese.

Im Januar wurden Versuche begonnen, die Schmierölsynthese kontinuierlich zu gestalten. Die Durchführung ist folgendermassen: Benzin, Aluminiumchlorid und Kontaktöl werden in einem Rührgefäss kontinuierlich vermischt. Der Ablauf des Gefässes, dessen Temperatur sich etwa bei 40 - 50° bewegt, geht in ein Rohr, das horizontal gelagert ist. In der Mitte des Rohres ist eine Welle angeordnet, die mit Rührflügeln besetzt ist. Die Welle rotiert mit ungefähr 600 Umdrehungen pro Min. und besorgt die Durchwirbelung von Benzin und Kontaktöl. Von Ablass her wird das Rohr geheizt, sodass längs des Rohres ein Temperaturabfall von etwa 50° auftritt, bei geringem Durchsatz muss am Eintritt des Rohres etwas gekühlt werden. Um zu verhindern, dass das Öl sich im ganzen Rohr gleichmässig vermischt, sind an der Rührwelle Scheiben fest angeordnet, die nur geringe Durchlässe haben, sodass einzelne Kammern entstehen. In einer Anordnung, die ein Gesamtvolumen von 5 - 6 Litern hatte, konnten 500 - 600 g n-Öl/h bei einem Zusatz von 40 % Kontaktöl und 2 % Aluminiumchlorid hergestellt werden. Die Versuche werden fortgesetzt, um in der gleichen Anordnung zu überprüfen, wie sich eine Verringerung des Aluminiumchloridgehaltes bzw. eine Erhöhung des Kontaktölgehaltes auswirkt. Die erhaltenen Öle hatten die gleichen Eigenschaften wie sie im Grossen hergestellt werden, d.h. eine VPH in der Größenordnung von 1,7 - 1,9.

Gleichwertigkeitsermittlung von Benzin.

Bei der Behandlung von etwa 1 Jahr lagernden Dubbenbenzin wurde in Übereinstimmung mit anderen Daten beobachtet, dass die Dichteanzahl infolge des hohen Peroxydgehaltes nicht mehr ganz auf den früheren Stand gebracht werden kann. Die Enddichteanzahl lag um etwa $2 \frac{1}{2}$ Punkte niedriger als bei der früheren Behandlung.

Weitere Arbeiten waren in Angriff genommen worden, um die Lebensdauer der Erden nochmals einer genauen Untersuchung zu unterziehen und nach Massnahmen zu suchen, diese Lebensdauer zu erhöhen. Die Arbeiten mussten jedoch vor einigen Tagen eingestellt werden, da der damit betraute Chemotechniker eingeeinget worden ist und ein gleichwertiger Ersatz im Augenblick nicht für diese Arbeiten zur Verfügung steht.

Der Gesamtbeschäftigungsstand war im Durchschnitt des Monats Februar 795 Arbeiter.

gez. M a r t i n .

gerecht, sodass die termingemäße Erledigung der eingehenden Aufträge nicht erfolgen konnte. In den letzten Tagen des Januar war die Tagengestellung wieder etwas besser.

Die Xthanckrackanlage war an 20 Tagen in Betrieb. Für Reparaturen und Ausdampfen sind 5 Tage Ausfall zu verzeichnen.

Mit den Ausschachtungs- und Betonarbeiten für die neue Gasreinigung-Anlage wurde begonnen. Die neue Ferngasleitung von der Zeche Jacobi zu uns ist im Bau.

Infolge der ständigen Frostschutzarbeiten im Gasebetrieb ist es hier zu Frostschäden nicht gekommen.

Die Katorfabrik musste wegen der anhaltenden Kälte und der damit verbundenen Versandchwierigkeiten im größten Teil des Monats mit verringerter Produktion gefahren werden. Es wurden hergestellt 101 Ofenfüllungen; zum Versand gelangten 93 Ofenfüllungen.

Aus ausgebrauchter Kontaktmasse wurden in der Regenerierung gelöst:

90,2 t Co,
3,4 t ThO₂,
7,4 t MgO.

Die Feinreinigeranlage wurde im Berichtsmonat wegen einer Versandanfrage für einige Tage ausser Betrieb genommen. Diese Zeit wurde benutzt, um bereits fällige dringende Überholungsarbeiten durchzuführen. Die Erzeugung betrug infolge dieser Unterbrechung nur 555 t.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Arbeitsleistung.

Im Beginn des Monats Dezember wurde mit der Inbetriebnahme der Toluol-Anlage begonnen. Die Destillation des Rohmaterials und des anfallenden Toluols bereitete keine Schwierigkeiten. Es gelang, ein C₇-freies Kopfprodukt und ein C₇ mit einem C₈-Gehalt von 0,5 % herzustellen. Wenn das Bodenprodukt bisher nicht ganz C₇-frei war, so wird bei etwas erhöhter Ab-

nahme von C_7 als Seitenfraktion diese Schwierigkeit ohne weiteres behoben.

Nachdem die Apparatur ohne Katalysator gefahren worden war, wurden in den Weihnachtstagen die ersten eigentlichen Reaktionen durchgeführt. Nach zwei Tagen hatte sich der Kontakt soweit geformt, dass genügende Aromatisierung eintrat. In den Reaktionsöfen wurden, aufgrund der Versuchsergebnisse, mehrere Umbauten vorgenommen. Nach diesem Umbau entsprachen die in den Öfen erhaltenen Ausbeuten bis auf eine etwas grössere Bildung an C_5 - und C_6 -Kohlenwasserstoffen den Laboratoriumsergebnissen.

Es wurden mehrere hundert Liter Reintoluol hergestellt. Die Daten des gewonnenen Reintoluols entsprachen den theoretischen Daten; die Dichte des Toluols lag sogar über den von dem Benzol-Verband vorgeschriebenen Toluoldichten.

Zwecks Feststellung der geeignetsten Mischung von Kontakt und Steinmaterial wurden eine Reihe von Kontaktprüfungen durchgeführt. Bei hochaktiven Kontakten gab kein Steinmaterial eine Verbesserung. Während die meisten Steinarten einen schädlichen Einfluss hatten, ergab Schamotte und Sillimanit keinen Abfall der Aromatisierung. Auch die Herstellung des Aluminiumhydroxyd-Katalysators wurde eingehend studiert. Es zeigte sich, dass das mit Leitungswasser ausgewaschene Aluminiumhydroxyd praktisch dieselbe Aktivität zeigt wie die Waschung mit destilliertem Wasser. Weitere Kontaktprüfungen sind noch im Gange.

Für die betriebliche Untersuchung des bei der Feindestillation der Aromatisierungsanlage anfallenden Heptans wurde eine neue Destillationskolonne entwickelt, die bei ca. 60 cm Destillat pro Stunde ein Toluol-Heptan-Gemisch so sauber schneidet, dass nur etwa 2 % Toluol sich im überhenden Heptan befinden, ein Resultat, das sonst nur mit der 60 Bruun-Böden-Kolonne erreicht wird. Es wurde ein Verfahren zur Bestimmung von kleinsten Mengen Oktan im Heptan entwickelt, das gestattet, noch 0,1 % Oktan im Heptan mit Sicherheit festzustellen.

Katalytische Spaltung.

Aus den bei der katalytischen Spaltung anfallenden C_3 -, C_4 - und C_5 -Kohlenwasserstoffen sowie aus dem bis $140^\circ C$ siedenden Spaltbenzin wurden durch Polymerisation und nachfolgender Hydrierung zwecks Erprobung auf Brauchbarkeit im Flugmotor grössere Mengen eines Benzins mit folgenden Zahlen hergestellt: $d_{20} = 0,702$, $OZ = 0,9$ ccn Blei = 94, Reiddruck = 0,4, Jodsahl = 1,6, Siedende = $165^\circ C$.

Das Benzin wurde teils unvermischt, teils mit 20 % Flugmotorenbenzol versetzt und bei der DVL, Adlershof, auf seine motorische Brauchbarkeit erprobt. Diese Resultate waren sehr befriedigend. Aufgrund dieser Ergebnisse wurden die konstruktiven Arbeiten aufgenommen, um unter weitgehendster Beteiligung der konstruktiv ähnlich durchgebildeten Aromatisierungsanlage die katalytische Spaltung, mit einem Einsatz von 60 - 70 Liter pro Stunde, durchzuführen.

Schmieröl.

Die Versuche über extreme Bleichung und Zusatz des aus der Bleicherde gewonnenen Benzolextraktes wurden abgeschlossen. Es scheint nach diesen Versuchen, dass aus der Bleicherde Schwefel in die Öle gelangt und stabilisierend wirkt. Die Versuche mit Inhibitoren ergaben, dass durch Erhitzen eines Öles mit Diphenylamin und Schwefel unter Zufügung von Aluminiumchlorid drei Stunden bei $170^\circ C$ und nachträglich kurzzeitiges Erhitzen auf $250^\circ C$ Öle erhalten werden, die bei $160^\circ C$ sowohl nach Neutralisationszahlen als auch nach Viskositätszunahme praktisch keine Alterung und keinerlei Kupfertonen aufweisen.

Es ist nicht notwendig, das Phenthiazin im Öl zu erzeugen, sondern man erhält die gleiche Wirksamkeit durch die direkte Zugabe von Phenthiazin. Selbst auf unbehandeltes Öl wirkt sich der Inhibitor günstig aus.

Besüglich der Mischöle aus Ruhrbenzin-Schmierölen und minderwertigeren Schmierölen der Wifo wurde festgestellt, dass die im September 1939 im Glas und auch im Kanister

004303

- 7 -

eingelagerten Mischungen vollkommen stabil blieben.

Der Gesamtgesellschaftsstand war im Durchschnitt
des Monats Januar 1940 1.683 Arbeiter, davon für die Verladung
tätig 120 Arbeiter.

502. H a G e m a n n .

fahren inner einen Produktionsausfall mit sich. Ein besonders krasses Beispiel bietet der am 30.1. durch Spannungsüberschlag in der HVT-Station verursachte längere Betriebsstillstand. Nachdem die Anlage im Laufe des folgenden Tages eben wieder voll im Gange war trat eine Spannungssenkung ein, die zu dem Ausfall der Grossmotore führte, sodass die eben erst einregulierte Anlage wieder in Unordnung geriet. Es ist bekannt, welche nachteiligen Folgen die durch solche häufigen Störungen bedingte ungleichmäßige Fahrweise für die Ausbeute der Synthesanlage hat.

Die Normaldruck-Anlage war in Betrieb mit durchschnittlich 43,5 Öfen und einer Belastung von $27.400 \text{ Nm}^3/\text{h}$ Synthesegas. Die Ausbeute betrug $112,9 \text{ g/Nm}^3$ Idealgas. Eine normale Produktion und Ausbeute konnte auch in diesem Monat nicht erreicht werden. Die Ursache lag wie im vergangenen Monat in den durch den Frost bedingten Schwierigkeiten der Gas- und Dampflieferung.

Die Mitteldruck-Anlage war in Betrieb mit durchschnittlich 52 Öfen und einer Belastung von $32.400 \text{ Nm}^3/\text{h}$ Synthesegas. Die Ausbeute betrug $131,7 \text{ g/Nm}^3$ Idealgas. Die durch Korrosion bedingten Undichtigkeiten der Kondensationsanlage wurden gegen Ende des Monats derart stark, dass mit dem Gas insgesamt 257 t Produkte über das Kühlwassernetz verloren ging. Während die in den vergangenen Monaten aufgetretenen Undichtigkeiten durch zeitweises Abschalten des betreffenden Kondensators an Ort und Stelle behoben werden konnten, war das während des starken Frostes nicht möglich.

In der Paraffinfabrik wurden 129 t Tafelparaffin und 313 t Hartwachs erzeugt.

Die Lubricanlage war 16 Tage in Betrieb. In der Schmierölfabrik betrug die Erzeugung an Fortigöl 491 t.

Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Katalyse.

Die von der Katorfabrik erstmalig mit Rüstgur statt Kieselgur 120 hergestellten Kontakte zeigten bei der drucklosen Prüfung weiterhin gute Ergebnisse.

Mit der Herstellung des Kobalt-Mangan-Kieselgur-Kontaktes, welcher in Mitteldruckversuchen maximale Paraffinausbeuten ergab (75 - 80 % bezogen auf flüssige Produkte) wurden die Versuche über Kobaltkontakte bis auf weiteres abgeschlossen.

Die schon seit längerer Zeit aufgenommenen Versuche über Eisenkatalysatoren wurden weiterbearbeitet. Für die Erprobung der günstigsten paraffinbildenden Zusammensetzung wurden allein im Dezember 1939 25 verschiedene Katalysatoren aus etwa 170 Pallungen hergestellt und in drucklosen Versuchen geprüft.

Die Entwicklung eines Eisenkatalysators kann grundsätzlich als gelöst betrachtet werden. Wir konnten alle Bedingungen ermitteln, welche zur sicheren halotechnischen Erzeugung eines hochaktiven, vorwiegend paraffinbildenden Eisenkatalysators eingeschlossen werden müssen. Die halotechnisch hergestellten Eisenkatalysatoren zeigten in den halotechnischen Mitteldrucköfen die gleiche Aktivität wie die Laboratoriums-Kontakte. Die Herstellungsweise konnte dadurch verbessert werden, dass 7/8 der für die Fällung erforderlichen Menge Natronlauge durch Kalkmilch sowie das gesamte Kondensatwasser durch Ruhrwasser ersetzt wurde, ohne dass die Aktivität der Katalysatoren dadurch beeinträchtigt wurde.

Von allen Zusätzen hat sich Kalzium bisher weitaus am günstigsten verhalten, sodass unsere gut wirkenden Eisenkatalysatoren ausnahmslos alle Eisen-Kalzium-Katalysatoren der verschiedensten Zusammensetzung sind. Entscheidend für das Arbeiten der Eisenkatalysatoren ist die Art des Anfahrens. Hierfür wurden durch genaue Untersuchungen die erforderlichen Unterlagen für Reduzierbarkeit usw. beigebracht.

Wir haben gefunden, dass man die Eisenkatalysatoren auf drei verschiedene Weisen anfahren kann:

- a) mit Wassergas bei normalen oder geringem Überdruck im Kreislauf,
- b) bei normalen Druck mit hoher Wassergas-Strömungsgeschwindigkeit,
- c) bei normalen Druck und über die Betriebstemperatur hinaus erhöhten Temperaturen mit Wasserstoff.

Mit verschiedenen Eisen-Kalzium-Katalysatoren erzielten wir nachfolgende je nach den Arbeitsbedingungen 20 - 67 % Paraffinanteile, bezogen auf flüssige Primärprodukte. Dabei war

Die Nebenbildung gering, die Ausbeuten dementsprechend hoch und die Lebensdauer, soweit aus den Versuchen geschlossen werden kann, sehr gut. Es zeigte sich, dass die Siedelage von der Höhe des Kreislaufes abhängig ist. Ebenso konnten wir feststellen, dass das $\text{CO}:\text{H}_2$ -Verhältnis einen entscheidenden Einfluss auf die Siedelage ausübt, derart, dass wir mit ein und demselben Katalysator mit Synthesogas rund 40 %, mit Wassergas rund 50 - 55 % und mit CO-reichen Gas 60 - 67 % Paraffinanteile erzielen.

Die Versuche waren darauf gerichtet, mit Hilfe des Eisenkatalysators grosse Ausbeuten an Mittelöl mit hohem Olefingehalt zu erhalten. Schweröle mit hohem Olefingehalt (75 %) werden in guter Ausbeute dadurch erhalten, dass ein Synthesegas mit hoher Kohlenoxydkonzentration verwendet wurde und gleichzeitig die Synthese mit Kreislauf gefahren wurde.

Quiltsöl als Kühlmittel.

Es wurde gefunden, dass man die zur Temperaturregung in den Mitteldrucköfen befindliche Wasserfüllung mit Vorteil durch syntheseeigene Öle von geeigneter Siedelage ersetzen kann. Dadurch ist es möglich, die ausserordentlich hohen Drucke des Wasserdampfes bei den Reaktionstemperaturen der Eisenkatalysatoren ($250^\circ - 270^\circ\text{C}$) zu vermeiden. Die Verwendung des Synthesöles anstelle des Wassers in den Grossöfen soll demnächst geprüft werden.

Aldehydsynthese.

Die Herstellung höherer Aldehyde und Alkohole aus Kracköl der Schmierölanlage wurde fortgesetzt. Diese Herstellung der Aldehyde und Alkohole wurde im allgemeinen mit Katalysatoren aus der Katalysatorfabrik durchgeführt. Es erwies sich aber als möglich, die Wassergasanlage auch mit feinpulverigen Eisenapparaten durchzuführen. Oxyde des Eisens waren unwirksam.

Die rein dargestellten Aldehyde lassen sich mit Luft bei $50 - 55^\circ\text{C}$ mit sehr hoher Ausbeute zu reiner Pottoluro hydrieren, während bei der Luftoxydation des Rohaldehydes gefärbte Nebenprodukte von unangenehmen Geruch entstehen.

Flüssigphasensynthese.

Die Versuche zur Umwandlung von Kohlenoxyd-Wasserstoff in der Flüssigphase wurden weitergeführt. Durch 3-stufigen Betrieb bei 10 atü gelang es, bis zu 80 % Umsatz und 166 g Produkte einschließlich Gasol zu gelangen, wobei in der ersten Stufe mit erhöhten Temperaturen und in den beiden nächsten Stufen mit etwas niedrigeren Temperaturen gearbeitet wurde. Die Zusammensetzung der Produkte war dabei etwa 5 % Gasol, 40 % Benzin, 24 % Dieselöl und 24 % Paraffingetösch, wo 5 % über 460° C siedeten.

Die Verteilung von Gas und Flüssigkeit unter den Bedingungen der Flüssigphasen-Synthese wurde in einem 2 m hohen Mischbehälter untersucht. Dabei wurde gefunden, dass sich infolge der Gerührung innerhalb einer Schichthöhe von 2 m in Verlauf von 10 - 50 Sekunden eine vollständige Durchmischung der gesamten Flüssigkeitsmasse vollzieht. Aufgrund dieses Befundes konnte auf den bis jetzt verwendeten Rücklauf des Öles in der Flüssigphasen-Synthese verzichtet werden. Ein neuer Ofen, der lediglich aus einem senkrechten mit Wärmeschutzmantel versehenen Rohr besteht, wurde in Betrieb genommen. In diesem Ofen wurde mit einem Kobalt-Magnesium-Katalysator aus der Katalysatorfabrik bei einer 2,5-fachen höheren Gasbeaufschlagung als bei der normalen Trokkanensynthese, bezogen auf das eingesetzte Kobalt, eine Konzentration von 25 % und entsprechende gute Ausbeute erzielt.

Anstelle eines Kobalt-Katalysators wurde auch ein Eisen-Katalysator in die Flüssigphasen-Synthese eingesetzt. Mit diesem Katalysator wurde in der Aufschlammung ein Umsatz von 40 - 50 % erreicht. Die Methanbildung betrug dabei 2 - 4 %, die Temperatur war 270° C.

Kobaltkatalysatoren scheinen mehr empfindlich gegen Betriebsstörungen in der Flüssigphasen-Synthese zu sein, während der Eisenkatalysator sich in dieser Beziehung günstiger verhält. Versuche mit Katalysatoren ohne Kieselgur erbrachten Nachteile infolge schnellen Abnehmens der Katalysatormasse und infolge zu langsamen Filtrierens der Suspension. Man wird daher zweckmäßig auch den Eisenkatalysator gewisse Mengen Kieselgur zusetzen.

Herstellung einer Hartparaffin-Emulsion.

Die Arbeiten wurden darauf abgestellt, sauerstoffhaltige Produkte herzustellen, deren Molekülgrösse annähernd 5_{10} ist, also in einer Größenordnung, wie sie auch bei den Emulsionsstoffen, die sich als besonders stark emulsionsbildend erwiesen haben, vorliegen. Man kann aus dem Chlorparaffin das Chlor vollständig entfernen. Nach der Jodzähl hatte das erhaltene Olefingemisch einen Olefingehalt von ca. 70 %. Anschliessend daran sollen die Olefine durch Oxydation und Sulfurierung weiter umgewandelt werden.

Flammpunkterforschungen.

Bei der Untersuchung von Flammpunkten enggeschnittener Fraktionen wurde gefunden, dass der Flammpunkt in naher Beziehung zum Dampfdruck steht und zwar derart, dass der Flammpunkt in geschlossenen Siegel dann erreicht wird, wenn der Dampfdruck in der Größenordnung von 5 mm liegt. Besonders anschaulich wurde diese Beobachtung bei den Mischungen zweier Fraktionen, bei denen gesagt werden konnte, dass der für die Temperatur des Flammpunktes berechnete Dampfdruck in allen Fällen zwischen 4 und 5 mm liegt.

Der Gesamtbeschäftigtenstand war im Durchschnitt des Monats Januar 1949 797 Arbeiter.

gez. H a c o m a n n .